

Herausforderung

Qualitätssicherung
in der Spurenelementanalytik

Prof. Dr. Bernhard Michalke,
Institut für Ökologische Chemie, Helmholtz Zentrum München



In nahezu allen Bereichen der Umweltanalytik, aber auch in der Produktqualitätskontrolle, Life-Sciences, biomedizinischen oder pharmazeutischen Forschung hat sich in der Vergangenheit die Zahl der Analysen ständig erhöht. Analytische Untersuchungen dienen dem Schutz der Gesundheit von Mensch, Tier und Pflanze und sind Grundlagen für weit reichende Entscheidungen mit erheblichen ökonomischen und politischen Konsequenzen. Gleichzeitig wurde es erforderlich, immer geringere Konzentrationen der Zielanalyte neben hochkonzentrierten Matrixbestandteilen exakt nachzuweisen. Trotz dieser Schwierigkeit muss auf die Richtigkeit der Analyseergebnisse vertraut werden können. Eine umfassende und gründliche Qualitätssicherung der Analysen ist daher eine grundsätzliche Voraussetzung, aber auch ständige Herausforderung an analytisch-chemische Laboratorien.

Anhand der Spurenelementanalytik werden in diesem Beitrag einige Aspekte der analytischen Qualitätssicherung angeschnitten.

Qualitätssicherung – warum? Probleme, richtige Analyseergebnisse zu erzielen

Im Rahmen der Spurenelementanalytik werden nahezu alle Elemente des Periodensystems in einer Vielzahl von Kompartimenten wie Luft, Wasser, biologisches Material (Pflanzen, Gewebe, Körperflüssigkeiten), Sedimenten, Böden und Klärschlämmen quantifiziert. Im bio-medizinischen Bereich sind fast alle Elemente in Geweben und Körperflüssigkeiten für Forschung, Diagnose und Therapie bzw. Therapiekontrolle von Interesse. Die Konzentrationen der Elemente überdecken dabei einen sehr weiten Konzentrationsbereich von ng/kg oder µg/kg bis in den %-Bereich bei Böden oder Klärschlamm. Um diesen Problemstellungen mit unterschiedlichen Elementkonzentrationen in verschiedenen Probenmatrices gerecht zu werden, wurde eine Vielzahl von analytischen Verfahren entwickelt, weiter verbessert und an die Problemstellungen angepasst. Diese verschiedenen Verfahren ergänzen sich und konkurrieren nicht miteinander. Eine Analyse besteht aber nicht nur aus der qualitativen und quantitativen Endbestimmung mit einem geeigneten Instrument, sondern aus einer ganzen Reihe von Einzelschritten, die alle der Qualitätskontrolle bedürfen. Eine gut konzipierte Untersuchung beginnt mit

- 1.** einer klaren Definition der Problemstellung und
- 2.** einer genauen Planung der Analysen (etwa zur Vermeidung von Kontaminationen, Stabilität der Probe etc.) und betrifft auch
- 3.** Probennahme,
- 4.** Probenlagerung,
- 5.** Vorbereitung zur analytischen Bestimmung,
- 6.** die analytische Bestimmung selbst und
- 7.** Auswertung der Analysendaten bis hin zu
- 8.** Beurteilung der Ergebnisse. Letzteres muss auch im Hinblick auf mögliche Fehler in den einzelnen Schritten erfolgen sowie eine Bewertung der Relevanz der Ergebnisse im Kontext der Problemstellung enthalten.

Hier besteht ein großes Problem für Auftragslabors, die häufig keinen Einfluss auf die Schritte 1–4 haben. Genaugenommen kann in solch einem Fall nur eine Aussage über die Konzentrationen in Bezug auf den Zustand der Probe bei Übergabe ans Labor gemacht



Interessierter Nachwuchs: Ein Chemie-Leistungskurs informierte sich über die Spurenelement-Analytik im Labor des Helmholtz Zentrum. Prof. Michalke zeigt ein Probeneinlass-System zum IPC-Massenspektrometer.

Bernhard Michalke ist Leiter der Forschungsgruppe „Element- und Elementspeziesanalytik“ und der „Zentralen Anorganischen Analytik“ am Helmholtz Zentrum München – Deutsches Forschungszentrum für Gesundheit und Umwelt. Prof. Michalke studierte Biologie an der Technischen Universität München und promovierte dort 1988. Seit 1996 lehrt er am „Institut für Analytische Chemie und Lebensmittelchemie“ der Technischen Universität Graz, wo er sich 1999 im Fach Analytische Chemie habilitierte. Seit 2004 ist er Präsident der Gesellschaft für Mineralstoffe und Spurenelemente (GMS) und seit 2007 auch Präsident des europäischen Dachverbandes

der Spurenelementgesellschaften „Federation of European Societies on Trace Elements and Minerals“ (FESTEM) sowie „Fellow“ der Royal Society of Chemistry. Die Forschungsschwerpunkte von Prof. Michalke liegen in der Aufklärung von Bindungsformen der Elemente (Elementspezies) in dem weiten Problemfeld „umweltbedingte Erkrankungen“. Er hat u.a. mehr als 120 Peer reviewed Artikel verfasst, er ist vielfältig national und international in der Wissenschaftsorganisation engagiert, z.B. führend an der Organisation von 4 „International Conferences on Trace Element Speciation“, und in den Editorial Boards des Journal of Trace Elements in Medicine and Biology und des Journal of Environmental Monitoring.

heißt: hinsichtlich der Matrixzusammensetzung, der Elemente und der Konzentrationsbereiche. Es scheint einleuchtend – wird aber gelegentlich nicht beachtet –, dass etwa mit einem pflanzlichen Referenzmaterial nicht nachgewiesen werden kann, dass in einer Bodenprobe richtige Messwerte erzielt wurden. Wichtig sind auch die Konzentrationsbereiche: Es ist sicher nicht möglich, aufgrund korrekter Messungen im mg/kg-Bereich zu folgern, dass automatisch auch korrekte Messungen im µg/kg oder gar ng/kg-Bereich erreicht werden. Dies liegt nicht zuletzt daran, dass die Schwierigkeiten und Gefahren vor allem für Kontaminationen mit sinkender Analytkonzentration exponentiell ansteigen.

Problematisch bei der Verwendung von zertifizierten Referenzmaterialien ist jedoch, dass gelegentlich falsche Erwartungen erhoben werden, etwa, wenn zu lesen ist, dass der „gesamte Analysengang“ damit überprüft wurde. Dies ist sicher nicht möglich! Nicht überprüfen kann man damit Schritte wie z.B. Trocknung und Mahlung, da das Referenzmaterial diese Schritte bereits hinter sich hat und eventuell vorher vorhandene leicht flüchtige Verbindungen bei den Prozessen verloren gingen, die man aber in der zu analysierenden Probe bestimmen möchte. Auch die Verlustfreiheit einer Aufschlusstechnik ist schwer zu überprüfen, da leichtflüchtige Verbindungen im Referenzmaterial oft nicht mehr vorhanden sind. Dagegen können die Vollständigkeit des Probenaufschlusses, Anreicherungstechniken und die quantitative Bestimmung selbst gut überprüft werden.

Schließlich ist es notwendig, eine umfangreiche und vollständige Dokumentation etwa über ein Labordatenmanagementsystem durchzuführen, die es jederzeit gestattet, alle Proben und Projekte zu identifizieren (sample tracking) und daraus alle Werte nachzuvollziehen (was wurde in jedem einzelnen Schritt gemacht – von Probeneinwaage über Messergebnis des Gerätes bis zur Auswertung).

■ bernhard.michalke@helmholtz-muenchen.de

Weiterführende Informationen sind in der Fachliteratur zu finden, z.B. Quevauviller, Ph., Maier, E.A., Griepnk, B. In: Caroli S, Editor. Element Speciation in Bioorganic Chemistry, John Wiley & Sons Inc., 1996, New York, Chichester, Brisbane, Toronto, Singapore.

Forschung für Gesundheit und Umwelt

Das Helmholtz Zentrum München

Das Helmholtz Zentrum München ist eine Forschungseinrichtung des Bundes und des Freistaats Bayern. Es ist Mitglied der Helmholtz-Gemeinschaft Deutscher Forschungszentren. Das Zentrum ist in 28 wissenschaftliche Institute und selbstständige Abteilungen gegliedert, die sich über Programme und Themen vernetzen. Als zentrale Serviceeinheiten verfügt das Helmholtz Zentrum München über vielfältige Technologieplattformen.

Die Forschung am Helmholtz Zentrum München dient dem Verständnis von Krankheitsmechanismen, die den Menschen und wesentliche Teile seiner Umwelt betreffen. Damit erarbeitet das Zentrum Grundlagen für die Medizin der Zukunft und für eine personalisierte Medizin, die an der Krankheitsursache ansetzt.

Zentrale Anorganische Analytik

Die Zentrale Analytik stellt eine Einrichtung dar, die für Forschungspartner innerhalb und außerhalb des Helmholtz Zentrums München (z.B. Forschungsinstitute etc.) Analysen durchführt und gegebenenfalls problemorientierte Methodenentwicklung betreibt.

Die Schwerpunkte liegen bei der problemorientierten Entwicklung und Verbesserung von Analyseverfahren (einschließlich der präanalytischen Schritte) und ihrer Anwendung in der Praxis – meist in Form von interdisziplinären Zusammenarbeiten.

Die langjährige Mitarbeit im (früheren) BCR der EU, bzw. jetzt „Institute for Reference Materials and Measurements of the European Joint Research Center“, bei der Herstellung und Zertifizierung einer breiten Palette von Standard-Referenzmaterialien dient neben der regelmäßigen Teilnahme an Ringversuchen (z.B. die der Deutschen Gesellschaft für Arbeitsmedizin) einerseits der ständigen Qualitätskontrolle (Zertifikate) und andererseits der Entwicklung und Anwendung modernster Analysetechniken. Sämtliche Arbeiten der „Zentralen Analytik“ unterliegen einer strengen Qualitätssicherung und Dokumentation. Ein hoher Qualitätssicherungsstandard wird sowohl über ein gesichertes Probenmanagement mit mehrfacher Dokumentation, als auch analytisch durch ständige Kontrolle aller analytischen Schritte durch zertifizierte Standards und zertifizierte Standardreferenzmaterialien erreicht.